

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 40 17 718 A 1

⑯ Int. Cl. 5:  
**A 61 K 7/13**  
D 06 P 3/08  
// C09B 11/04, B01F  
17/02, 17/42, D06P  
1/32

⑯ Aktenzeichen: P 40 17 718.1  
⑯ Anmeldetag: 1. 6. 90  
⑯ Offenlegungstag: 5. 12. 91

DE 40 17 718 A 1

⑯ Anmelder:  
Wella AG, 6100 Darmstadt, DE

⑯ Erfinder:  
Mager, Herbert, Dr.; Aeby, Johann, Marly, CH;  
Pasquier, Gilbert, Praroman, CH

⑯ Oxidationshaarfarbemittel aus einer emulsionsförmigen Farbstoffträgermasse und einer emulsionsförmigen, oxidationsmittelhaltigen Zusammensetzung und Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren

⑯ Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer emulsionsförmigen Komponente (A) (Farbstoffträgermasse), welche 6 bis 30 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, und einer emulsionsförmigen Komponente (B), welche ein Oxidationshaarfarbemittel und 3 bis 12 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 60 bis 100 Gewichtsprozent  $C_{10}$ - bis  $C_{24}$ -Fettalkohole enthält,
- b) das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 75 bis 100 Gewichtsprozent  $C_{10}$ - bis  $C_{24}$ -Fettalkohole enthält und
- c) das Mischungsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 1,7 bis 1 : 3 beträgt sowie ein Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren unter Verwendung dieses Mittels.

Das neue Mittel zum oxidativen Färben von Haaren ist hautverträglich, weist eine gute Deckkraft insbesondere bei Färbungen von ergrautem oder grauem Haar auf und zeichnet sich durch eine Konsistenz aus, die das Auftragen des Mittels mit dem Pinsel erlaubt und das Abtropfen des Mittels vom Haar verhindert.

DE 40 17 718 A 1

BEST AVAILABLE COPY

## Beschreibung

5 Gegenstand der Erfindung ist ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, das durch Vermischen einer emulsionsförmigen Farbstoffträgermasse, welche ein 60 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole aufweisendes Verdickergemisch enthält, mit einer emulsionsförmigen, ein mindestens 75 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole aufweisendes Verdickergemisch und ein Oxidationsmittel enthaltenden Zubereitung in einem Mengenverhältnis von 1 : 1,7 bis 1 : 3 erhalten wird, sowie ein Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren.

10 In der Haarfärbepraxis haben Oxidationshaarfarbmittel eine wesentliche Bedeutung erlangt. Die Färbung entsteht im Haarschaft durch die Reaktion bestimmter Entwicklersubstanzen mit bestimmten Kupplersubstanzen in Gegenwart eines geeigneten Oxidationsmittels.

15 Als Entwicklersubstanzen werden bevorzugt 2,5-Diaminotoluol, 4-Amino-phenol und 1,4-Diamino-benzol verwendet, jedoch haben auch 2,5-Diamino-anisol, 2,5-Diamino-benzylalkohol, 2-(2'-Hydroxyethyl)-1,4-diamino-benzol und 4-Amino-N-(2'-mesylaminoethyl)-anilin eine gewisse Bedeutung erlangt. In bestimmten Fällen kann auch Tetraaminopyrimidin als Entwicklersubstanz eingesetzt werden. Die bevorzugt verwendeten Kupplersubstanzen sind 1-Naphthol, Resorcin, 4-Chlor-resorcin, m-Aminophenol, 5-Amino-o-kresol und Derivate des m-Phenyldiamins wie 2,4-Diamino-phenetol und 2,4-Diamino-anisol.

20 Durch geeignete Kombinationen von Entwicklersubstanzen mit Kupplersubstanzen läßt sich eine breite Palette verschiedener Farbnuancen erzeugen.

25 Oxidationshaarfarbmittel bestehen aus zwei Komponenten, die kurz vor dem Gebrauch vermischt und dann auf das zu färbende Haar aufgebracht werden. Die erste Komponente, die Farbträgermasse, enthält die färbisch wirksamen Substanzen. Sie kann als Lösung, Gel oder als Emulsion vorliegen. Die zweite Komponente ist ein Produkt, in dem ein geeignetes Oxidationsmittel, zum Beispiel Wasserstoffperoxid enthalten ist.

30 In der Färbepraxis werden Farbträgermassen in Form von Lösungen üblicherweise in Verbindung mit wäßrigen Wasserstoffperoxidlösungen angewandt. Die Vermischung der in Form einer Lösung vorliegenden Farbträgermasse mit der Wasserstoffperoxidlösung kann zum Beispiel in einer Auftrageflasche erfolgen, mit der das gebrauchsfertige Mittel nach dem Mischen auf die Haare aufgebracht wird.

35 Die auf in Form von Lösungen vorliegenden Farbträgermassen basierenden Oxidationshaarfarbmittel zeigen jedoch eine Reihe von Nachteilen wie eine unzureichende Hautverträglichkeit, eine vermehrte Schädigung des Haars durch einen hohen Ammoniakgehalt und eine unzureichende Deckkraft insbesondere beim Färben von ergrautem Haar.

40 Zudem ergeben sich für die auf Farbträgermassen, die in Form von Lösungen vorliegen, basierenden Oxidationshaarfarbmittel anwendungstechnische Nachteile, wie das Ablaufen des flüssigen Mittels vom Haar. Diese Nachteile konnten durch den Ersatz der in Form von Lösungen vorliegenden Trägermassen gegen emulsions- oder gelförmige Farbträgermassen nicht aufgehoben werden. Es kam im Gegenteil hinzu, daß sich die emulsions- oder gelförmigen Farbträgermassen mit den flüssigen Wasserstoffperoxidlösungen durch den bestehenden Konsistenzunterschied wesentlich schwerer vermischen lassen.

45 Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren sowie ein Haarfärbeverfahren unter Verwendung dieses Mittels zur Verfügung zu stellen, das die geschilderten Nachteile bekannter Mittel zum oxidativen Färben von Haaren nicht aufweist.

50 Es wurde nunmehr gefunden, daß sich Mittel zum oxidativen Färben von Haaren durch Vermischen einer emulsionsförmigen Farbträgermasse, welche ein 60 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole aufweisendes Verdickergemisch enthält, mit einer emulsionsförmigen, ein mindestens 75 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole enthaltendes Verdickergemisch und ein Oxidationsmittel enthaltenden Zubereitungen in einem Mengenverhältnis von 1 : 1,7 bis 1 : 3 herstellen lassen, die gut hautverträglich sind, das Haar durch einen niedrigen Ammoniakgehalt weniger belasten, und eine gute Deckkraft insbesondere Färbungen von ergrautem Haar aufweisen.

55 Die erfindungsgemäße Verteilung der Fettalkohole sowohl auf die Farbträgermasse wie auf die das Oxidationsmittel enthaltende Zubereitung bedingt eine ähnliche Konsistenz der beiden Komponenten und eine daraus resultierende leichte Vermischbarkeit der beiden Komponenten zum gebrauchsfertigen Mittel zum oxidativen Färben von Haaren.

60 Die neue Farbträgermasse besitzt zudem den Vorteil aufgrund ihrer Konsistenz leicht aus der Packung, üblicherweise einer Tube, entnommen werden zu können.

65 Das gebrauchsfertige neue Mittel zum oxidativen Färben von Haaren weist eine größere Viskosität auf als übliche Oxidationshaarfarbmittel, bei denen die gleiche Menge an konsistenzgebenden Substanzen nur durch die Farbträgermasse in das gebrauchsfertige Mittel eingebracht wird. Das neue Mittel läßt sich zudem problemlos, beispielsweise mit einem Pinsel, auf die Haare auftragen.

70 Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer emulsionsförmigen Komponente (A) (Farbträgermasse), welche 6 bis 30 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, mit einer emulsionsförmigen Komponente (B), welche ein Oxidationsmittel und 3 bis 12 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) das in der Komponente (A) enthaltende Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 60 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole enthält,
- b) das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 75 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole enthält und
- c) das Mischungsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 1,7 bis 1 : 3 beträgt.

In der bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Mittels zum oxidativen Färben der Haare beträgt das Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 2.

Die Viskosität des gebrauchsfertigen Mittels zum oxidativen Färben von Haaren liegt in einem Bereich von 500—200 000 mPa · s.

Die in den emulsionsförmigen Komponenten (A) und (B) enthaltenen Fettalkohole sind vorzugsweise C<sub>12</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohole. Beispiele für Fettalkohole, die in den Komponenten (A) und (B) enthalten sein können, sind Cetylalkohol, Stearylalkohol oder deren Gemisch.

Das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch kann, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergermischs, bis zu 40 Gewichtsprozent in kosmetischen Emulsionen übliche konsistenzgebende Substanzen wie zum Beispiel C<sub>10</sub>- bis C<sub>23</sub>-Fettsäureester, C<sub>10</sub>- bis C<sub>23</sub>-Fettsäuren, mit 2 bis 8 Mol Ethylenoxid oxethylierte Fettalkohole, Stärke, Vaseline und Wollwachsalkohole enthalten.

Die Anzahl der gegebenenfalls im Verdickergermisch der Komponente (A) enthaltenen Verdicker liegt zwischen 1 und 5, vorzugsweise zwischen 1 und 3.

Besonders bevorzugt enthält das Verdickergermisch der Komponente (A) C<sub>10</sub>- bis C<sub>23</sub>-Fettsäureester mit Glycerin oder Glykolen, wie zum Beispiel Glycerinmonodistearat, zum Beispiel in Form des Handelsproduktes Tegin® der Firma Goldschmidt.

Das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergermisch kann zudem, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergermischs, 0,2 bis 25 Gewichtsprozent anionische oder nichtionische Emulgatoren oder deren Gemische enthalten.

Beispiele für anionische Emulgatoren, die in der Komponente (A) enthalten sein können, sind C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkoholsulfate, C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkoholethersulfate, Fettalkoholoxethansulfonsäuresalze, Lauryloxethylat mit 10 bis 30 Ethylenoxideinheiten oxethyliert oder oxethyliertes Ricinusöl. Als nicht-ionische Emulgatoren können in der Komponente (A) bevorzugt mit 8 bis 30 Ethylenoxideinheiten oxethylierte C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkohole eingesetzt werden, beispielsweise das Handelsprodukt Cremophor A 25® (Fa. BASF, Ludwigshafen).

Die Komponente (A) weist einen pH-Wert von 4 bis 13, bevorzugt jedoch 7,5 bis 12,5 auf. Der pH-Wert wird vorzugsweise mit Ammoniak eingestellt. Es können jedoch auch organische Amine, beispielsweise Monoethanolamin, oder anorganische Alkalien wie Natronlauge zur Einstellung des pH-Wertes verwendet werden.

Die Komponente (A) enthält mindestens eine Kupplersubstanz und mindestens eine Entwicklersubstanz sowie gegebenenfalls zusätzlich mit sich selbst kuppelnde Farbvorstufen und direkt auf das Haar auf aufziehende Farbstoffe. Die Entwickler- und Kupplersubstanzen werden in den Haarfärbemitteln entweder als solche oder in Form ihrer physiologisch unbedenklichen Salze mit anorganischen oder organischen Säuren, wie zum Beispiel als Chlorid, Sulfat, Phosphat, Acetat, Propionat, Lactat oder Citrat, eingesetzt.

Die Kupplersubstanzen werden im allgemeinen in etwa äquimolarer Menge, bezogen auf die verwendeten Entwicklersubstanzen, eingesetzt. Wenn sich auch der äquimolare Einsatz als zweckmäßig erweist, so ist es doch nicht nachteilig, wenn die Kupplersubstanzen in einem gewissen Überschuß oder Unterschuß zum Einsatz kommen. Es ist ferner nicht notwendig, daß die Entwicklerkomponente und die Kupplerkomponente einheitliche Produkte darstellen, vielmehr kann sowohl die Entwicklerkomponente ein Gemisch von bekannten Entwicklersubstanzen als auch die Kupplerkomponente ein Gemisch von bekannten Kupplersubstanzen darstellen.

Die emulsionsförmige Farbträgermasse, Komponente (A), enthält als bekannte Kupplersubstanzen, allein oder im Gemisch miteinander, insbesondere 1-Naphthol, 4-Methoxy-1-naphthol, Resorcin, 4-Chlorresorcin, 4,6-Dichlorresorcin, 2-Methylresorcin, 3-Aminophenol, 3-Amino-6-methylphenol, 4-Hydroxy-1,2-methylenedioxybenzol, 4-Amino-1,2-methylenedioxybenzol, 4-(β-Hydroxyethylamino)-1,2-methylenedioxybenzol, 4-Hydroxyindol, 2,3-Diamino-6-methoxy-pyridin und 5-Amino-2-methylphenol. Weitere geeignete Kupplersubstanzen sind zum Beispiel 2,4-Dihydroxyphenoletter wie 2,4-Dihydroxyanisol und 2,4-Dihydroxyphenoxyethanol.

Von den bekannten Entwicklersubstanzen kommen als Bestandteil der erfindungsgemäßen Farbträgermasse vor allem 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol, 2,5-Diaminobenzylalkohol, 3-Methyl-4-aminophenol, 2-(β-Hydroxyethyl)-1,4-diaminobenzol und 4-Aminophenol in Betracht. Zur Haarfärbung bekannte und übliche Oxidationsfarbstoffe, die in der Komponente (A) enthalten sein können, sind unter anderem in dem Buch von E. Sagarin, "Cosmetics, Science and Technology", Interscience Publishers Inc., New York (1957), Seiten 503 ff. sowie in dem Buch von H. Janistyn, "Handbuch der Kosmetika und Riechstoffe" (1973), Seiten 338 ff. beschrieben.

Die Gesamtmenge der in der Komponente (A) enthaltenen Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination soll 0,01 bis 12 Gewichtsprozent, insbesondere 0,2 bis 4 Gewichtsprozent, betragen.

Zur Erzielung gewisser Farbnuancen können ferner auch übliche direktziehende Farbstoffe, beispielsweise Triphenylmethanfarbstoffe wie Basic Violet 14 (C. I. 42 510) und Basis Violet 2 (C. I. 42 520), aromatische Nitrofarbstoffe wie 2-Amino-4,6-dinitrophenol, 2-Nitro-4-(β-hydroxyethylamino)-anilin, 2-N-β-Dihydroxypropylamino-5-(N-methyl,N-hydroxyethyl)-amino-nitrobenzol und 2-Amino-4-nitrophenol, Azofarbstoffe wie Acid Brown 4 (C. I. 14 805) und Acid Blue 135 (C. I. 13 385), Anthrachinonfarbstoffe wie Disperse Violet 4 (C. I. 61 105), Disperse Blue 1 (C. I. 64 500), Disperse Red 15 (C. I. 60 710), Disperse Violet 1 (C. I. 61 100), außerdem 1,4,5,8-Tetraaminoanthrachinon und 1,4-Diaminoanthrachinon, in der Komponente (A) enthalten sein. Die Komponente (A) kann weiterhin auch mit sich selbst kuppelnde Farbvorstufen, wie zum Beispiel 2-Amino-5-methylphenol, 2-Amino-6-methylphenol, 2-Amino-5-ethoxyphenol oder auch 2-Propyl-amino-5-aminopyridin, enthalten.

Die Gesamtmenge der direkt ziehenden Farbstoffe und der mit sich selbst kuppelnden Farbstoffvorstufen beträgt in der Komponente (A) 0,01 bis 6 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,2 bis 4 Gewichtsprozent.

Die Gesamtmenge aller Farbstoffe, also der Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination, der mit sich selbst kuppelnde Farbstoffvorstufen und der direktziehenden Farbstoffe, in der Komponente (A) soll 0,1 bis 14 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,2 bis 8 Gewichtsprozent betragen.

Darüber hinaus können in der Komponente (A) Antioxidantien wie Ascorbinsäure, Resorcin oder Natriumsulfat und Komplexbildner für Schwermetalle, beispielsweise Ethyldiamintetraacetat und Nitriloessigsäure in

einer Menge von bis zu 0,5 Gewichtsprozent enthalten sein. Parfümöl können in der erfundungsgemäßen Farbrägermasse bis zu einer Menge von 1 Gewichtsprozent enthalten sein. Die Komponente (A) kann zudem Netzmittel, Emulgatoren, Pflegestoffe, kationische Harze und andere übliche Zusatzstoffe enthalten.

Der in der emulsionsförmigen, oxidationsmittelhaltigen Komponente (B) enthaltene Fettalkohol ist vorzugsweise ein C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohol. Beispiele für derartige Fettalkohole, die in der Komponente (B) enthalten sein können, sind Cetylalkohol, Stearylalkohol oder deren Gemisch.

Das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch kann zusätzlich zu den C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkoholen andere in kosmetischen Mitteln übliche Verdicker, beispielsweise mit 2 bis 6 Einheiten Ethylenoxid oxethylierte C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkohole enthalten.

Das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch kann, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, einen Gehalt von 0,2 bis 25 Gewichtsprozent an anionischen oder nicht-ionischen Emulgatoren oder deren Gemisch aufweisen. Beispiele für Emulgatoren die in der Komponente (B) enthalten sein können sind C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkoholsulfate oder -sulfonate, C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkoholethersulfate, mit 8 bis 30 Mol Ethylenoxid ethoxylierte C<sub>10</sub>- bis C<sub>25</sub>-Fettalkohole, Cholesterin oder Wollwachsalkohole.

Die Komponente (B) enthält 1 bis 18 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt jedoch 4 bis 14 Gewichtsprozent eines Oxidationsmittels. Als Oxidationsmittel zur Entwicklung der Haarfärbung kommen hauptsächlich Wasserstoffperoxid, beziehungsweise dessen Additionsverbindungen an Harnstoff, Melamin und Natriumborat in Betracht. Besonders bevorzugt enthält die Komponente (B) 1 bis 18 Gewichtsprozent Wasserstoffperoxid.

Das durch Mischen der Komponente (A) mit der Komponente (B) entstehende gebrauchsfertige Mittel zum oxidativen Färben der Haare kann sauer, neutral oder alkalisch eingestellt sein. Der pH-Wert des erfundungsgemäßen Mittels zum oxidativen Färben der Haare liegt in einem Bereich von 7,5 bis 12,0, bevorzugt zwischen 9,5 und 10,2.

Die vorstehenden Gewichtsprozentangaben sind, sofern nicht anderes angegeben ist, jeweils auf die Gesamtmenge der Komponente (A), beziehungsweise auf die Gesamtmenge der Komponente (B), bezogen.

Bei der Anwendung des zuvor beschriebenen Oxidationshaarfarbstoffs nach dem erfundungsgemäßen Verfahren vermischt man die emulsionsförmige Farbrägermasse (Komponente (A)) unmittelbar vor dem Gebrauch in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 1,7 bis 1 : 3, vorzugsweise 1 : 2, mit der oxidationsmittelhaltigen Emulsion (Komponente (B)) und trägt eine für die Haarfärbung ausreichende Menge, je nach Haarfülle, im allgemeinen 90 bis 160 g, dieses gebrauchsfertigen Oxidationshaarfarbstoffs auf das Haar auf. Man lässt das Gemisch bei 15 bis 50 Grad Celsius etwa 10 bis 45 Minuten, vorzugsweise 30 Minuten, lang auf das Haar einwirken, spült sodann das Haar mit Wasser aus und trocknet. Gegebenenfalls wird das Haar vor dem Trocknen gewaschen und nachgespült.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern.

### Beispiele

35

#### Beispiel 1

##### Oxidationshaarfarbstoff

40

##### Emulsionsförmige Farbrägermasse (Komponente A)

8,00 g	Cetylstearylalkohol
1,84 g	Natriumlaurylalkoholdiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
0,50 g	Natriumsulfit, wasserfrei
1,00 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
0,50 g	Resorcin
0,08 g	m-Aminophenol
6,19 g	Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung
50	<u>81,89 g</u> Wasser
	100,00 g

##### Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente B)

55	6,00 g Cetylstearylalkohol
	0,15 g Cholesterin
	2,40 g Natriumlauryldiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
	9,00 g Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung
60	<u>82,45 g</u> Wasser
	100,00 g

Der pH-Wert der Komponente (B) des Beispiels 1 ist mit verdünnter Phosphorsäure auf 2,5 eingestellt. Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der emulsionsförmigen Farbrägermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion, entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des gebrauchsfertigen Oxidationshaarfarbstoffs auf ergraute, menschliche Haare auf und lässt es 20 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken. Danach wird das Haarfärbemittel mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet. Das so behandelte Haar ist vom Ansatz bis zu den Haarspitzen gleichmäßig dunkelblond gefärbt. Das erfundungsgemäße Mittel zum oxidativen Färben von Haaren weist eine Viskosität von 1700 mPa · s auf und lässt sich problemlos mit dem

Pinsel auftragen, tropft nicht ab und ergibt eine Färbung von großer Deckkraft.

Alle in dieser Anmeldung angegebenen Viskositäten wurden mit der Haake-Viskowaage bei 20 Grad Celsius (Stab II, Auflagegewicht 5 g) bestimmt.

## Beispiel 2

5

## Oxidationshaarfärbemittel

## Emulsionsförmige Farbstoffträgermasse (Komponente A)

10

10,000 g	Cetylstearylalkohol
1,000 g	Wollwachsalkohole
2,000 g	Natriumlaurylalkoholdiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
0,500 g	Natriumsulfit, wasserfrei
1,350 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
0,720 g	Resorcin
0,056 g	m-Aminophenol
0,028 g	m-Phenyldiamin
7,282 g	Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung
<u>77,064 g</u>	Wasser
<u>100,000 g</u>	

20

## Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente B)

25

6,00 g	Cetylstearylalkohol
0,15 g	Cholesterin
2,40 g	Natriumlauryldiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
9,00 g	Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung
<u>82,45 g</u>	Wasser
<u>100,00 g</u>	

30

Der pH-Wert der Komponente (B) des Beispiels 2 wurde mit verdünnter Phosphorsäure auf 2,5 eingestellt.

Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der emulsionsförmigen Farbträgermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion, entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des gebrauchsfertigen Oxidationshaarfärbemittels, das eine Viskosität von 2100 mPa · s aufweist, auf vollständig ergraute menschliche Haare auf und lässt es 30 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken. Danach wird das Haarfärbemittel mit Wasser ausgespült, das Haar mit Shampoo gewaschen, gespült und getrocknet. Das so behandelte Haar ist vom Ansatz bis zu den Haarspitzen gleichmäßig mattblond gefärbt.

35

## Beispiel 3

40

## Oxidationshaarfärbemittel zur Hellerfärbung

## Emulsionsförmige Farbstoffträgermasse (Komponente A)

45

14,000 g	Cetylstearylalkohol
3,000 g	Glycerylstearat
2,300 g	Natriumlauryldiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
0,500 g	Natriumsulfit, wasserfrei
0,012 g	p-Phenyldiamine
0,012 g	Resorcin
15,000 g	Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung
<u>65,176 g</u>	Wasser
<u>100,000 g</u>	

55

## Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente B)

4,00 g	Cetylstearylalkohol
0,10 g	Cholesterin
1,60 g	Natriumlauryldiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
24,00 g	Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung
<u>70,40 g</u>	Wasser
<u>100,00 g</u>	

60

Der pH-Wert der Komponente (B) wurde mit verdünnter Phosphorsäure auf etwa 2,5 eingestellt.

Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der emulsionsförmigen Farbträgermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion, entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des gebrauchsfertigen Oxidationshaarfärbemittels, das eine Viskosität von 2300 mPa · s aufweist auf braune, nicht ergraute, menschliche

65

Haare auf und läßt es 30 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken.

Danach wird das Haarfärbemittel mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet. Das so behandelte Haar ist vom Ansatz bis zu den Haarspitzen gleichmäßig blond gefärbt. Das erfindungsgemäße Mittel zum oxidativen Färben zeichnet sich durch eine besonders gute Hautverträglichkeit aus.

5

### Vergleichsbeispiel A

#### Konsistenz und Deckkraft

10 Zum Vergleich der Konsistenz und der Deckkraft des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfärbemittels mit bereits bekannten, den gleichen Gehalt an Cetylstearylalkohol aufweisenden Oxidationshaarfärbemitteln wurde ein Halbseitenversuch durchgeführt. Auf die linke Kopfhälfte von 3 Versuchsteilnehmern wurde ein übliches Oxidationshaarfärbemittel, das durch Vermischen von 20 g einer üblichen emulsionsförmigen Farbträgermasse (C) mit 40 g üblichen flüssigen Wasserstoffperoxid-Präparates (D) der nachfolgenden Zusammensetzung hergestellt wurde, auf menschliches, ergrautes Haar aufgetragen.

15

#### Übliche emulsionsförmige Farbträgermasse (C)

20,000 g	Cetylstearylalkohol
0,300 g	Cholesterin
6,640 g	Natriumlaurylalkoholdiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
0,500 g	Natriumsulfit, wasserfrei
1,000 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
0,500 g	Resorcin
25 0,080 g	m-Aminophenol
6,188 g	Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung
64,792 g	Wasser
<hr/>	
100,000 g	

30

#### Übliche Wasserstoffperoxidlösung (D)

30 9,000 g	Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung
91,000 g	Wasser
<hr/>	
100,000 g	

35

Der pH-Wert der Komponente (D) ist mit verdünnter Phosphorsäure auf etwa 2,5 eingestellt.

Als Vergleich dienten 60 g des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfärbemittels gemäß Beispiel 1, die jeweils auf die rechte Kopfhälfte der Versuchsteilnehmer aufgetragen wurden.

Das erfindungsgemäße Oxidationshaarfärbemittel ist im Gegensatz zum üblichen Oxidationshaarfärbemittel, das nach dem Vermischen der beiden Komponenten (C) und (D) eine flüssige Konsistenz aufweist, bei gleichem Fettalkoholgehalt hochviskos und läßt sich mit einem Pinsel problemlos auf die Haare auftragen ohne abzutropfen.

Beide Oxidationshaarfärbemittel wurden nach einer Einwirkzeit von 30 Minuten mit Wasser ausgespült. Das Haar wurde sodann mit Shampoo gewaschen, nachgespült und getrocknet.

45 Die mit dem erfindungsgemäßen Oxidationshaarfärbemittel behandelten Haare der rechten Kopfhälfte waren gleichmäßig dunkelblond gefärbt. Die vor der Färbebehandlung graue Farbe der Haare war durch das erfindungsgemäße Oxidationshaarfärbemittel deutlich besser abgedeckt worden, als durch das auf die Haare der linken Kopfhälfte aufgetragene, übliche Oxidationshaarfärbemittel.

50

### Vergleichsbeispiel B

#### Deckkraft auf grauem Haar

Um die Deckkraft des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfärbemittels auf grauem Haar mit der Deckkraft üblicher Oxidationshaarfärbemittel auf grauem Haar zu vergleichen, wurde ein Halbseitenversuch mit einem üblichen Oxidationshaarfärbemittel durchgeführt.

Das übliche Oxidationshaarfärbemittel wurde zunächst durch Vermischen von 20 g der emulsionsförmigen Farbträgermasse (C) mit 40 g der üblichen Wasserstoffperoxidlösung (D) hergestellt:

60

#### Übliche emulsionsförmige Farbträgermasse (C)

60 22,000 g	Cetylstearylalkohol
1,000 g	Wollwachsalkohol
0,300 g	Cholesterin
6,800 g	Natriumlaurylalkoholdiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
0,500 g	Natriumsulfit, wasserfrei
1,350 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
0,720 g	Resorcin

0,056 g m-Aminophenol  
 0,028 g m-Phenyldiamine  
 7,282 g Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung  
 59,964 g Wasser  
 100,000 g

5

#### Übliche Wasserstoffperoxidlösung (D)

9,00 g Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung  
 91,00 g Wasser  
 100,00 g

10

Der pH-Wert der Komponente (D) wurde mit verdünnter Phosphorsäure auf etwa 2,5 eingestellt.  
 Jeweils 60 g dieses üblichen Oxidationshaarfarbemittels wurden sodann auf die linke Kopfhälfte von drei Versuchsteilnehmern mit grauem Haar aufgetragen.

15

Als Vergleich dienten 60 g des erfundungsgemäßen Oxidationshaarfarbemittels gemäß Beispiel 2, die jeweils auf die rechte Kopfhälfte aufgetragen wurden.

Beide Oxidationshaarfarbmittel wurden nach einer Einwirkzeit von 30 Minuten mit Wasser ausgespült. Das Haar wurde sodann mit Shampoo gewaschen, nachgespült und getrocknet. Beide Kopfhälften zeigten ein mattblond gefärbtes Haar. Der Weißanteil des ursprünglich grauen Haares war auf der rechten Seite durch das erfundungsgemäße Oxidationshaarfarbmittel jedoch deutlich besser abgedeckt.

20

#### Vergleichsbeispiel C

##### Aufhellung und Hautverträglichkeit

25

In einem weiteren Vergleichsversuch wurde das erfundungsgemäße Oxidationshaarfarbmittel gemäß Beispiel 3 mit einem üblichen Oxidationshaarfarbmittel hinsichtlich der Hautverträglichkeit und der aufhellenden Wirkung verglichen.

Das übliche Oxidationshaarfarbmittel wurde zunächst durch Vermischen von 20 g der üblichen emulsionsförmigen Farbträgermasse (C) mit 40 g einer üblichen Wasserstoffperoxidlösung (D) der folgenden Zusammensetzungen hergestellt:

30

#### Übliche emulsionsförmige Farbträgermasse (C)

22,000 g Cetylstearylalkohol  
 0,200 g Cholesterin  
 3,000 g Glycerylstearat  
 5,500 g Natriumlaurylalkoholdiglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung  
 0,500 g Natriumsulfit, wasserfrei  
 0,012 g p-Phenyldiamine  
 0,012 g Resorcin  
 15,000 g Ammoniak, 25%ige wäßrige Lösung  
 53,776 g Wasser  
 100,000 g

35

40

45

#### Übliche Wasserstoffperoxidlösung (D)

24,00 g Wasserstoffperoxid, 50%ige wäßrige Lösung  
 76,00 g Wasser  
 100,00 g

50

Der pH-Wert der üblichen Wasserstoffperoxid-Lösung (D) wurde mit verdünnter Phosphorsäure auf etwa 2,5 eingestellt.

Jeweils 60 g des üblichen Oxidationshaarfarbmittels wurde auf die linke Kopfhälfte von drei Versuchsteilnehmern mit braunem, nicht ergrauem Haar aufgetragen.

55

Die rechte Kopfhälfte wurde mit jeweils 60 g des erfundungsgemäßen Oxidationshaarfarbmittels gemäß Beispiel 3 behandelt. Nach einer Einwirkungszeit von 30 Minuten wurde mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet.

Der Vergleichsversuch ergab, daß das erfundungsgemäße Oxidationshaarfarbmittel die vorher naturbraunen Haare stärker aufhellt und besser hautverträglich ist. Das erfundungsgemäße Mittel verursachte bei keinem der Versuchsteilnehmer ein Brennen auf der Kopfhaut oder deren Rötung, während die Versuchsteilnehmer auf der linken Kopfhälfte, die mit dem üblichen Oxidationshaarfarbmittel behandelt wurden, ein Brennen der Kopfhaut feststellten.

60

Alle in der vorliegenden Anmeldung angegebenen Prozentangaben stellen Gewichtsprozente dar.

65

## Patentansprüche

1. Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer emulsionsförmigen Komponente (A) (Farbrägermasse), welche 6 bis 30 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, mit einer emulsionsförmigen Komponente (B), welche ein Oxidationsmittel und 3 bis 12 Gewichtsprozent eines Verdickergemisches enthält, dadurch gekennzeichnet, daß
  - a) das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 60 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole enthält,
  - b) das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 75 bis 100 Gewichtsprozent C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettalkohole enthält und
  - c) das Mischungsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 1,7 bis 1 : 3 beträgt
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 2 beträgt.
3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die in den Komponenten (A) und (B) enthaltenen Fettalkohole C<sub>12</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohole sind.
4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, bis zu 40 Gewichtsprozent in kosmetischen Emulsionen übliche Konsistenzgebende Substanzen enthält.
5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch C<sub>10</sub>- bis C<sub>23</sub>-Fettsäureester mit Glycerin oder Glykolen enthält.
6. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das in der Komponente (A) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 0,2 bis 25 Gewichtsprozent nicht-ionische oder anionische Emulgatoren oder Gemische derselben enthält.
7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 0,01 bis 12 Gewichtsprozent einer Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination enthält.
8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 0,01 bis 6 Gewichtsprozent direktziehende Farbstoffe und mit sich selbst kuppelnde Farbstoffvorstufen enthält.
9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (B) 1 bis 18 Gewichtsprozent eines Oxidationsmittels enthält.
10. Mittel nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Oxidationsmittel Wasserstoffperoxid ist.
11. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das in der Komponente (B) enthaltene Verdickergemisch, bezogen auf die Gesamtmenge dieses Verdickergemisches, 0,2 bis 25 Gewichtsprozent anionische oder nicht-ionische Emulgatoren oder deren Gemisch enthält.
12. Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11 herstellt, indem man unmittelbar vor dem Gebrauch die Komponente (A) und die Komponente (B) in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 1,7 bis 1 : 3 miteinander vermischt, sodann eine für die Haarfärbung ausreichende Menge des gebrauchsfertigen Oxidationshaarfarbstoffs auf die Haare aufträgt, es dort 10 bis 45 Minuten lang bei einer Temperatur von 15 bis 50 Grad Celsius einwirken läßt, anschließend die Haare mit Wasser spült und sodann trocknet.

40

45

50

55

60

65

1/4 WPIL - (C) Derwent

TI - Agent for oxidative dyeing of hair - obtd. by mixing emulsion  
contg. dye and emulsion contg. oxidising agent, and thickening  
with higher fatty alcohol(s)

DC - D21 E19 E24

PA - (WELA) WELLA AG

PN - DE4017718 A 19911205 DW1991-50 8p \*

AP: 1990DE-4017718 19900601

- WO9118582 A 19911212 DW1992-01

DSNW: BR JP US

DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU NL SE

- EP-485539 A1 19920520 DW1992-21 A61K-007/13 Ger 29p

FD: Based on WO9118582

AP: 1991EP-0907467 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

DSR: DE ES FR GB IT

- BR9105772 A 19920818 DW1992-38 A61K-007/13

FD: Based on WO9118582

AP: 1991BR-0005772 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

- JP05500228 W 19930121 DW1993-08 A61K-007/13 6p

FD: Based on WO9118582

AP: 1991JP-0506846 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

- ES2042466 T1 19931216 DW1994-03 A61K-007/13

FD: Based on EP-485539

AP: 1991EP-0907467 19910405

- JP94062396 B2 19940817 DW1994-31 A61K-007/13 8p

FD: Based on JP5500228; Based on WO9118582

AP: 1991JP-0506846 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

- EP-485539 B1 19951011 DW1995-45 A61K-007/13 Ger 10p

FD: Based on WO9118582

AP: 1991EP-0907467 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

DSR: DE ES FR GB IT

- DE59106672 G 19951116 DW1995-51 A61K-007/13

FD: Based on EP-485539; Based on WO9118582

AP: 1991DE-5006672 19910405; 1991EP-0907467 19910405;

1991WO-EP00648 19910405

- ES2042466 T3 19960216 DW1996-14 A61K-007/13

FD: Based on EP-485539

AP: 1991EP-0907467 19910405

- EP-485539 B2 19980624 DW1998-29 A61K-007/13 Ger

FD: Based on WO9118582

AP: 1991EP-0907467 19910405; 1991WO-EP00648 19910405

DSR: DE ES FR GB IT

DS - DSNW: BR JP US

- DSR: DE ES FR GB IT

- DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU NL SE

LA - German; Ger

PR - 1990DE-4017718 19900601; 1991WO-EP00648 19910405

AB - DE4017718 A

In an agent for oxidative dyeing of hair, obtd. by mixing (A) an

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

emulsion component contg. dye and 6-30 wt.% of a thickener mixt., with (B) an emulsion component contg. an oxidn. agent and 3-12 wt.% of a thickener mixt., the thickener in (A) contains 60-100 wt.% w.r.t. total thickener, of 10-24C fatty alcohols, the thickener in (B) contains 75-100% w.r.t. total thickener, of 10-24C fatty alcohols, and the ratio of (A):(B) is 1:1.7-3.

- Components (A) and (B) are mixed in ratio 1:1.7-3 just before use, and the required amt. of the mixt. is allowed to act on the hair for 10-45 mins. at 15-50 deg.C, followed by rinsing with water and drying.

- ADVANTAGE - Components (A) and (B) have similar consistencies and are easily mixed together, and are easily removed from the packaging, esp. a tube. The dye compsn. has higher viscosity than usual oxidn. dye compsns., making appln., e.g. with a brush, easy.

(8pp)

#### 2/4 WPIL - (C) Derwent

TI - Oxidative hair dyeing compsn. not subject to premature darkening - comprises liq. dye precursor component and oxidising component contg. long chain fatty alcohol

DC - D21 E17

PA - (WELA) WELLA AG

PN - DE4005008 A 19910822 DW1991-35 \*

AP: 1990DE-4005008 19900219

- WO9111985 A 19910822 DW1991-36

DSNW: JP US

- JP04505459 W 19920924 DW1992-45 A61K-007/13 5p

FD: Based on WO9111985

AP: 1991JP-0503700 19910204; 1991WO-EP00204 19910204

- JP94062395 B2 19940817 DW1994-31 A61K-007/13 6p

FD: Based on JP4505459; Based on WO9111985

AP: 1991JP-0503700 19910204; 1991WO-EP00204 19910204

- DE4005008 C2 19950105 DW1995-05 A61K-007/13 7p

AP: 1990DE-4005008 19900219

DS - DSNW: JP US

PR - 1990DE-4005008 19900219

AB - DE4005008 A

Compsn. for oxidative dyeing of hair is prep'd. by mixing (A) a liq. dye precursor component of viscosity below 100 mPa.s at 30 deg.C and (B) an emulsion-forming compsn. contg. 2.5-12 wt.% at least one 10-24C fatty alcohol (I), natural or synthetic and an oxidising agent (II). The wt. ratio (A):(B) = 1:1.5-4.

- The (A):(B) ratio is specifically 1:2-3. (A) pref. contains (by wt.) 2-30% at least one 10-24C satd. or unsatd. fatty acid (III); 2-30% 1-4C alcohol and/or 2-6C glycol; 0.1-25% nonionic emulsifier, 0.01-12% developer/coupler combination; and 0.01-7% direct dye or self-coupling dye precursor.

- The emulsifier in (A) is pref. an ethoxylated (esp. 1-8 ethylene oxide) 10-20C fatty alcohol and/or 6-14C alkylphenol, and component (III) is a 16-22C acid at 8-16 wt.%. The alcohol/glycol is pref. 12-18 wt.%, and component (A) may also contain

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**